

(11)特許出願公開番号

特開2000-345217

(P2000-345217A)

(43)公開日 平成12年12月12日(2000.12.12)

(51) Int.Cl.7

識別記号

FI

テ-73-1\* (参考)

**B 2 2 F 9/28**

**B 2 2 F 9/28**

Z 4K017

// H01G 4/12

H0 1 G 4/12

361 5E001

審査請求 未請求 請求項の数5 OL (全 6 頁)

(21)出願番号

特願平11-152556

(22) 出願日

平成11年5月31日(1999.5.31)

(71)出題人 390007227

東邦チタニウム株式会社

神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目3番5号

(72) 発明者 浅井 剛

神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎 3-3-5 東邦  
チタニウム株式会社内

(72)発明者 高取 英男

神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎3-3-5 東邦  
チタニウム株式会社内

(74) 代理人 100096884

井理士 末成 幹生

Fターム(参考) 4K017 AAD3 BA02 BA03 BA05 CA08

DA01 EK03 FB06

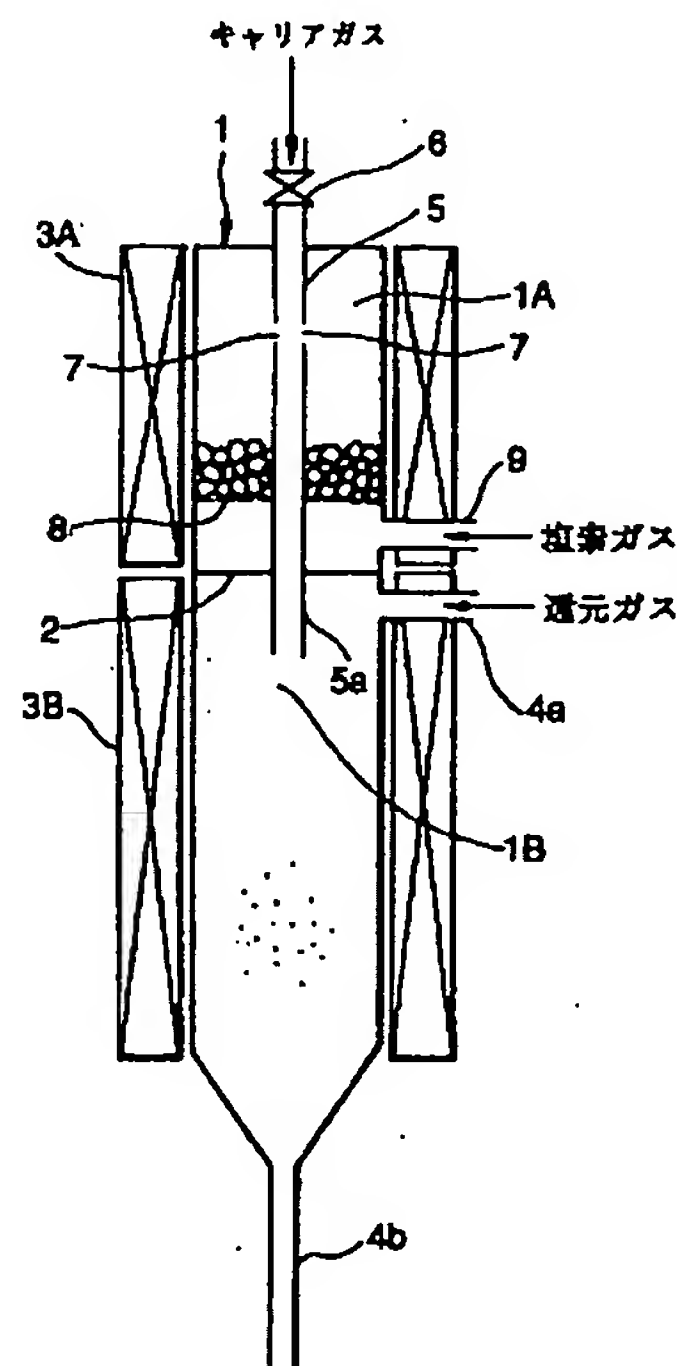
5E001 AB03 AC09 AH01 AH08 AJ01

(54) 【発明の名称】 金属粉末の製造装置

(57) 【要約】

【課題】 移送中の金属塩化物ガスの熱ロスを抑えて加熱に要するエネルギーを低減するとともに、装置の単純化および小型化を図る。

【解決手段】 金属原料が充填され、該金属原料に塩素ガスを接触させて金属塩化物ガスを連続的に発生させる塩化室1Aと、塩化室1Aで発生した金属塩化物ガスが供給され、気相化学反応を起こさせて金属粉末を得る反応室1Bとを、隣接して配置する。塩化室1Aで発生した金属塩化物ガスを反応室1Bに移送して供給するための金属塩化物ガス供給管5を塩化室1Aに貫通し、該供給管5の塩化室1Aへの延在部に、金属塩化物ガス導入口7を設ける。塩化室1Aで発生した金属塩化物ガスを導入口7から供給管5内に導入し、供給管5を通して反応室1Bに供給する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 金属塩化物を還元することにより金属粉末を製造する装置であって、金属原料が充填され、該金属原料に塩素ガスを接触させて金属塩化物ガスを連続的に発生させる塩化部と、該塩化部で発生した金属塩化物ガスが供給され、該金属塩化物ガスと還元ガスとによる気相化学反応を起こさせて金属粉末を得る反応部と、前記塩化部を貫通して一端開口が前記反応部に臨み、かつ塩化部内の延在部分に金属塩化物ガス導入口が設けられ、該導入口から導入した前記金属塩化物ガスを前記反応部に供給する金属塩化物ガス供給管とを具備することを特徴とする金属粉末の製造装置。

【請求項2】 前記塩化部が前記反応部に隣接して配置されていることを特徴とする請求項1に記載の金属粉末の製造装置。

【請求項3】 前記金属塩化物ガス供給管には、前記金属塩化物ガスを前記金属塩化物ガス導入口から当該供給管内に吸引するための負圧発生手段が設けられていることを特徴とする請求項1または2に記載の金属粉末の製造装置。

【請求項4】 前記負圧発生手段によって発生する負圧の大きさが調整可能とされていることを特徴とする請求項3に記載の金属粉末の製造装置。

【請求項5】 前記金属塩化物ガス供給管に導入した前記金属塩化物ガスが、金属塩化物ガス供給管に流通させたキャリアガスとともに前記反応部に供給されることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の金属粉末の製造装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、金属粉末の製造装置に係り、具体的には電子部品等に用いられる導電ペーストフィラー、Ti材の接合材、更には触媒等の各種用途に適したNi、Cu、Ag等の金属超微粉を製造するにあたって好適な装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】上記Ni、Cu、Agの中でも、とりわけNi（以下、ニッケルと記載）の粉末は、従来のPd粉末に比べて安価なため積層セラミックコンデンサの内部電極形成用として注目されている。中でも金属塩化物の水素還元等による乾式法によって製造されたニッケル粉末は、湿式法に比べてその製造プロセスがシンプルであるため大量生産に向いている。このようなニッケル粉末の中でも積層セラミックコンデンサの小型化、大容量化に伴う内部電極の薄層化・低抵抗化等の要求から、粒径1μm以下は勿論のこと、粒径0.5μm以下のニッケル超微粉が要望されている。

【0003】上記のようなニッケル超微粉を製造する従来の装置としては、蒸発部で塩化ニッケルを加熱して蒸

発させることにより塩化ニッケルガスを発生させ、この塩化ニッケルガスを、水素ガス（還元ガス）雰囲気とされる反応部に移送管を通して移送し、塩化ニッケルガスと水素ガスとにより気相化学反応を起こさせてニッケル超微粉を生成させるものがある。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】上記従来の製造装置では、蒸発部から移送管を通して反応部に移送される間に塩化ニッケルガスの温度が低下するといった熱ロスが生じ、このため、塩化ニッケルガスが冷却されて塩化ニッケルが移送管内に析出するおそれがあった。そこで、この問題を解決するために移送管を加熱することが行われているが、加熱手段を設けると消費エネルギーが増大するとともに、装置の複雑化および大型化を招くことになっていた。

【0005】また、塩化ニッケルを出発原料としているため、塩化ニッケルガスを安定的に発生させることが本質的に難しく、塩化ニッケルガスの分圧が変動し、生成する金属粉末の粒径が安定しない。加えて、塩化ニッケルは結晶水を有しているため使用前に脱水処理を要し、その脱水が不十分な場合には、生成する金属粉末中の酸素濃度が上昇する。

【0006】本発明の金属粉末の製造装置は上記事情に鑑みてなされたものであって、以下を目的としている。

1. 移送中の金属塩化物ガスの熱ロスを抑えて加熱に要するエネルギーを低減する。
2. 装置の単純化および小型化を図る。
3. 粒径制御が容易かつ高精度となり粒径分布の狭い高品質の金属粉末を安定して得る。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明の金属粉末の製造装置は、金属塩化物を還元することにより金属粉末を製造する装置であって、金属原料が充填され、該金属原料に塩素ガスを接触させて金属塩化物ガスを連続的に発生させる塩化部と、該塩化部で発生した金属塩化物ガスが供給され、該金属塩化物ガスと還元ガスとによる気相化学反応を起こさせて金属粉末を得る反応部と、塩化部を貫通して一端開口が反応部に臨み、かつ塩化部内の延在部分に金属塩化物ガス導入口が設けられ、該導入口から導入した金属塩化物ガスを反応部に供給する金属塩化物ガス供給管とを具備することを特徴としている。

【0008】上記構成によれば、塩化部で発生した金属塩化物ガスは、金属塩化物ガス導入口から金属塩化物ガス供給管内に導入され、該供給管内を通過して反応部に供給される。そして、反応部で還元ガスと接触し、気相化学反応を起こして金属粉末が生成する。本発明では、金属塩化物ガス供給管にキャリアガスを導入し、このキャリアガスとともに金属塩化物ガスを反応部に供給する運転形態を採用することができる。

【0009】本発明によれば、金属塩化物ガス供給管が

塩化部を貫通しているから、その内部を通る金属塩化物ガスは塩化部によって加熱され、そのまま反応部に供給される。したがって、まず金属塩化物ガス供給管内での塩化ニッケルの析出が防止される。また、反応部へ移送中の金属塩化物ガスに熱ロスが生じず加熱する必要がないので、消費エネルギーが低減する。更に、装置の単純化および小型化を図ることができる。

【0010】また、塩化部での金属塩化物ガスの発生量は金属原料に塩素ガスを接触させる際の塩素ガスの供給量によって一定化させることができる。したがって、反応部への金属塩化物ガスの供給量ならびに反応部における金属塩化物ガスの分圧の制御が容易かつ高精度となり、ひいては反応部で生成する金属粉末の粒径を的確に制御することができる。その結果、粒径が小さく、かつ粒径分布の狭い高品質の金属粉末を安定して得ることができる。

【0011】本発明では、塩化部を反応部に隣接して配置させることを好ましい形態としている。この構成により、金属塩化物ガス供給管すなわち金属塩化物ガスの移送距離がより短くなり、上述した消費エネルギーの低減、装置の単純化および小型化といった効果がより一層促進する。

【0012】また、本発明では、金属塩化物ガス供給管に、金属塩化物ガスを金属塩化物ガス導入口から当該供給管内に吸引するための負圧発生手段を設けることを好ましい形態としている。負圧発生手段としては、例えばガス流速を上昇させて負圧を発生させるベンチュリー機構等が挙げられる。

【0013】この構成によると、例えば上記のように金属塩化物ガス供給管にキャリアガスを流通させた場合、キャリアガスと金属塩化物ガスがよく混合し、均一な希釈状態を得ることができる。

【0014】また、金属塩化物ガス供給管への金属塩化物ガスの導入量およびキャリアガスによる金属塩化物ガスの希釈率は、金属塩化物ガスの発生量およびキャリアガスの流量を一定とした場合、負圧の大きさによって定まる。したがって、この負圧の大きさを制御因子とすることにより、反応部への金属塩化物ガスの供給量ならびに反応部での金属塩化物ガスの分圧をよりの確に制御することができる。このような制御をより精密に行うことができる観点から、負圧発生手段によって発生する負圧の大きさを調整可能とした形態を採ると更に好ましい。

【0015】さて、本発明の金属粉末の製造装置によって製造され得る金属粉末は、上記ニッケルの他には、Cu、Ag等であり、これらの粉末は導電ペーストフィラー、Ti材の接合材、更には触媒等の各種用途に適している。これらの中でも、本発明は特にニッケル超微粉の製造に好適である。

【0016】金属塩化物ガス供給管に流通させるキャリアガスとしては、アルゴンガスや窒素ガス等の不活性ガ

スが好適に用いられるが、このキャリアガス中に還元ガスを混入してもよく、更には、還元ガスをキャリアガスとして用いることもできる。また、還元ガスとしては、水素ガス、硫化水素ガス等の還元ガスを用いることができるが、生成した金属粉末への影響を考慮すると水素ガスが好適である。

【0017】

【発明の実施の形態】以下、図面を参照して本発明の一実施形態を説明する。

# 10 【1】製造装置の構成

図1は、一実施形態に係る金属粉末の製造装置を示している。該装置は円筒状の縦型還元炉1を主体としており、還元炉1内は、仕切り2によって上側の塩化室(塩化部)1Aと下側の反応室(反応部)1Bとに分けられている。塩化室1Aおよび反応室1Bは、還元炉1の周囲に配置された加熱手段3A、3Bにより、それぞれ所定の温度に加熱される。反応室1Bを構成する炉壁の上部には、還元ガスを反応室1Bに供給する還元ガス供給管4aが接続されている。また、反応室1Bの下端部には、生成した金属粉末を回収する回収管4bが設けられている。

【0018】還元炉1の上部には、塩化室1Aで発生した金属塩化物ガスを反応室1Bに供給するための金属塩化物ガス供給管(以下、単に供給管と略称する)5が配置されている。この供給管5は、還元炉1の軸心にはほぼ沿って還元炉1の頂部から塩化室1Aを貫通して反応室1Bまで延び、その下端開口が反応室1Bの上部に臨んでいる。供給管5には、還元炉1外からキャリアガスが流される場合があり、供給管5にはそのキャリアガスの流量を調整したり遮断したりするバルブ6が設けられている。また、供給管5の下端部は、キャリアガスを反応室1Bに噴出するノズル5aとして構成される。更に、供給管5の塩化室1A内における金属塩化物ガスが充満する蒸気層への延在部分には、金属塩化物ガス導入口(以下、単に導入口と略称する)7が、周方向に等間隔をおいて空けられている。

【0019】塩化室1Aの底部には、仕切り2と離間して多孔板8が水平に張られており、この多孔板8の上に金属原料を堆積させるようになっている。多孔板8は、塩素ガスに侵されない材質が選ばれ、例えばセラミック製が好ましく用いられる。塩化室1Aを構成する炉壁の底部には、仕切り2と多孔板8との間の空間に塩素ガスを供給する塩素ガス供給管9が接続されている。

# 20 【0020】【2】ニッケル超微粉の製造例

次いで、上記金属粉末の製造装置を用いてニッケル超微粉を製造する具体例を説明する。はじめに、塩化室1Aの多孔板8上に固体状の金属ニッケル(金属原料)を投入して堆積させる。金属ニッケルの形態は特に問わないが、接触効率や圧力損失上昇防止の観点から、粒径5～20mmの粒状、あるいは塊状、板状等が好ましく、ま



たその純度に関しては概ね99.5%以上が好ましい。次いで、加熱手段3Aにより塩化室1Aを加熱するとともに、塩素ガス供給管9から塩化室1Aに塩素ガスを供給する。金属ニッケルに塩素ガスが接触することにより、塩素ガスは塩化ニッケルガス（金属塩化物ガス）に変換される。

【0021】塩化室1Aの加熱温度は、塩素ガスと金属ニッケルの反応を十分進めるために800℃以上とし、ニッケルの融点である1483℃以下とする。還元炉1の耐久性や反応速度を考慮すると、実用的には900～1100℃の範囲が好ましい。また、多孔板8上の金属ニッケルの層高や密度は、塩素ガスの供給速度、塩化室1Aの加熱温度、運転時間、金属ニッケルの形状等に基づき、塩化ニッケルガスへの変換が十分に行われる範囲に適宜設定される。

【0022】上記のように、塩化室1Aにおいては塩化ニッケルガスが連続的に生成する。一方、加熱手段3Bによって反応室1Bを所定の還元温度に加熱し、更に、キャリアガスとして不活性ガス（アルゴンガスや窒素ガス）を供給管5に流して反応室1Bに供給するとともに、還元ガスである水素ガスを還元ガス供給管4aに流して反応室1Bに供給する。還元温度は、概ね900～1100℃が好ましい。

【0023】さて、塩化室1Aで生成した塩化ニッケルガスは、導入口7から供給管5内に吸引される状態で導入される。供給管5に吸引導入された塩化ニッケルガスは、キャリアガスと混合し、ノズル5aから反応室1Bに吐出する。反応室1Bでは、キャリアガスで希釈された塩化ニッケルガスが水素ガスに接触して気相化学反応を起こし、これによってニッケル超微粉が生成する。

【0024】生成したニッケル超微粉は、不活性ガスや気相化学反応で副生した塩酸ガス等とともに反応室1Bの下部で冷却され、次いで回収管4bより回収される。そして、混合ガスから分離回収され、更に洗浄されて製品とされる。

【0025】本実施形態によれば、供給管5が塩化室1Aを貫通しているから、供給管5内を通る塩化ニッケルガスは塩化室1Aによって加熱され、そのまま反応室1Bに供給される。したがって、まず供給管5内での塩化ニッケルの析出が防止される。また、反応室1Bへ移送中の塩化ニッケルガスに熱ロスが生じず、塩化ニッケルガスを別途加熱する必要がないので、消費エネルギーが低減する。更に、供給管5が塩化室1Aを貫通し、かつ塩化室1Aが反応室1Bに隣接して配置されているので、供給管5すなわち塩化ニッケルガスの移送距離が短く、その結果、消費エネルギーの低減、装置の単純化および小型化を図ることができる。

【0026】また、塩化室1Aでの塩化ニッケルガスの発生量は金属原料に塩素ガスを接触させる際の塩素ガスの供給量によって一定化させることができる。したがっ

て、反応室1Bへの塩化ニッケルガスの供給量ならびに反応室1Bにおける塩化ニッケルガスの分圧の制御が容易かつ高精度となり、ひいては反応室1Bで生成するニッケル超微粉の粒径を的確に制御することができる。その結果、粒径が小さく、かつ粒径分布の狭い高品質のニッケル超微粉を安定して得ることができる。

【0027】なお、上記実施形態では、キャリアガスとして不活性ガスを用いているが、キャリアガス中に、還元ガス（上記具体例では水素ガス）や塩素ガスを混入してもよく、更には、還元ガスをキャリアガスとして用いることもできる。また、供給管5にキャリアガスを流通させず、塩化室1Aで発生した塩化ニッケルガスを希釈せずそのまま反応室1Bに供給する運転形態を採ることもできる。この場合、バルブ6を閉じた状態とし、塩化室1Aの内圧上昇により塩化ニッケルガスは導入口7から供給管5内に導入される。塩化ニッケルガスの反応室1Bへの供給量は、塩化室1Aへの塩素ガスの供給量で調整される。

【0028】[3] 負圧発生手段（ベンチュリー機構）ところで、本発明では、上記供給管5に、金属塩化物ガス（上記具体例では塩化ニッケルガス）を導入口7から当該供給管5内に吸引するための負圧発生手段を設けることができる。負圧発生手段としては、例えばガス流速を上昇させて負圧を発生させるベンチュリー機構が挙げられる。以下、そのようなベンチュリー機構を例示する。

【0029】A. 図2(a)に示すように、供給管5の導入口7に対応する内周部分に全周にわたって膨出部5bを一体に形成し、この膨出部5bによりベンチュリー機構を構成する。膨出部5bは、縦断面の肉厚が、上下端から軸方向中央部に向かうにしたがって次第に厚くなるよう弧状に形成されており、もっとも肉厚が厚い部分に複数の導入口7が周方向に等間隔をおいて設けられている。

【0030】B. 図2(b)に示すように、導入口7の上流側に設けた漏斗状の絞り部材10によりベンチュリー機構を構成する。

C. 図2(c)に示すように、供給管5のノズル5aを縮径して絞り、供給管5内に通した内管11に導入口7を連通させてベンチュリー機構を構成する。

D. 図2(d)に示すように、絞り弁12によりベンチュリー機構を構成する。

【0031】上記のように供給管5にベンチュリー機構を設けることにより、供給管5を反応室1Bに向かって流通するキャリアガスがベンチュリー機構を通過する際に負圧が発生する。塩化室1Aで発生した金属塩化物ガスは、ベンチュリー機構により発生する負圧を利用して導入口7から供給管5内に導入される。これにより、キャリアガスと金属塩化物ガスがよく混合し、均一な希釈状態を得ることができる。

【0032】また、供給管5への金属塩化物ガスの導入量およびキャリアガスによる金属塩化物ガスの希釈率は、金属塩化物ガスの発生量およびキャリアガスの流量を一定とした場合、ベンチュリー機構によって発生する負圧の大きさによって定まる。したがって、この負圧の大きさを制御因子とすることにより、反応室1Bへの金属塩化物ガスの供給量ならびに反応室1Bにおける金属塩化物ガスの分圧をよりの確に制御することができるとともに、粒径が例えば0.5 $\mu$ m以下の超微粉状の金属粉末を製造することができる。上記のようなベンチュリー機構により発生する負圧の大きさは、供給管5内の狭

隘状態によって制御することができる。  
【0033】さらに、図2(d)に示した絞り弁12で構成されるベンチュリー機構によれば、絞り弁12の開度によって負圧の大きさ、つまりは反応室1Bへの金属塩化物ガスの供給量を、任意に、かつ容易に制御することができる。したがって、生成する金属粉末の粒径制御をより精密に行うことができる。

【0034】

【実施例】次に、図1に示した製造装置を用いてニッケル超微粉を製造した本発明の実施例を説明する。塩化室1Aの多孔板8上に、出発原料である平均粒径10mmの固体金属ニッケル15kgを投入して堆積させた。加熱手段3Aにより塩化室1Aを1100℃に加熱し、流量4Nl/minで塩素ガス供給管9から塩素ガスを塩化室1Aに供給し、固体金属ニッケルを塩化して塩化ニッケルガスを発生させた。一方、供給管5にアルゴンガスを2Nl/minの流量で流して反応室1Bに圧送するとともに、加熱手段3Bにより反応室1Bを950℃に加熱した。この運転を60分続け、反応室1Bでニッケル超微粉を連続的に生成させた。

【0035】次いで、窒素ガスおよび反応で副生した塩酸蒸気およびニッケル超微粉を回収管4bからオイルスクラバーに導き、ニッケル超微粉を分離回収した。この

後、回収したニッケル超微粉をキシレンで洗浄後、乾燥してニッケル超微粉を得た。このニッケル超微粉は、平均粒径が0.3 $\mu$ mで、形状はほぼ均一な球状の粒子であり、きわめて高品質であった。

【0036】

【発明の効果】以上説明したように、本発明は、塩化部で発生した金属塩化物ガスを反応部に供給する金属塩化物ガス供給管が塩化部を貫通していることを特徴としており、この構成によって次の効果を奏する。

1. 金属塩化物ガスが塩化部で加熱されるので、金属塩化物ガス供給管内での金属塩化物の析出が防止される。
2. 反応部へ移送中の金属塩化物ガスに熱ロスが生じず加熱する必要がないので、消費エネルギーが低減する。
3. 装置の単純化および小型化を図ることができる。
4. 金属原料に塩素ガスを接触させて金属塩化物ガスを発生させるので、金属塩化物ガスを安定的に発生させることができ、粒径分布の狭い高品質の金属粉末を安定して得ることができる。

【図面の簡単な説明】

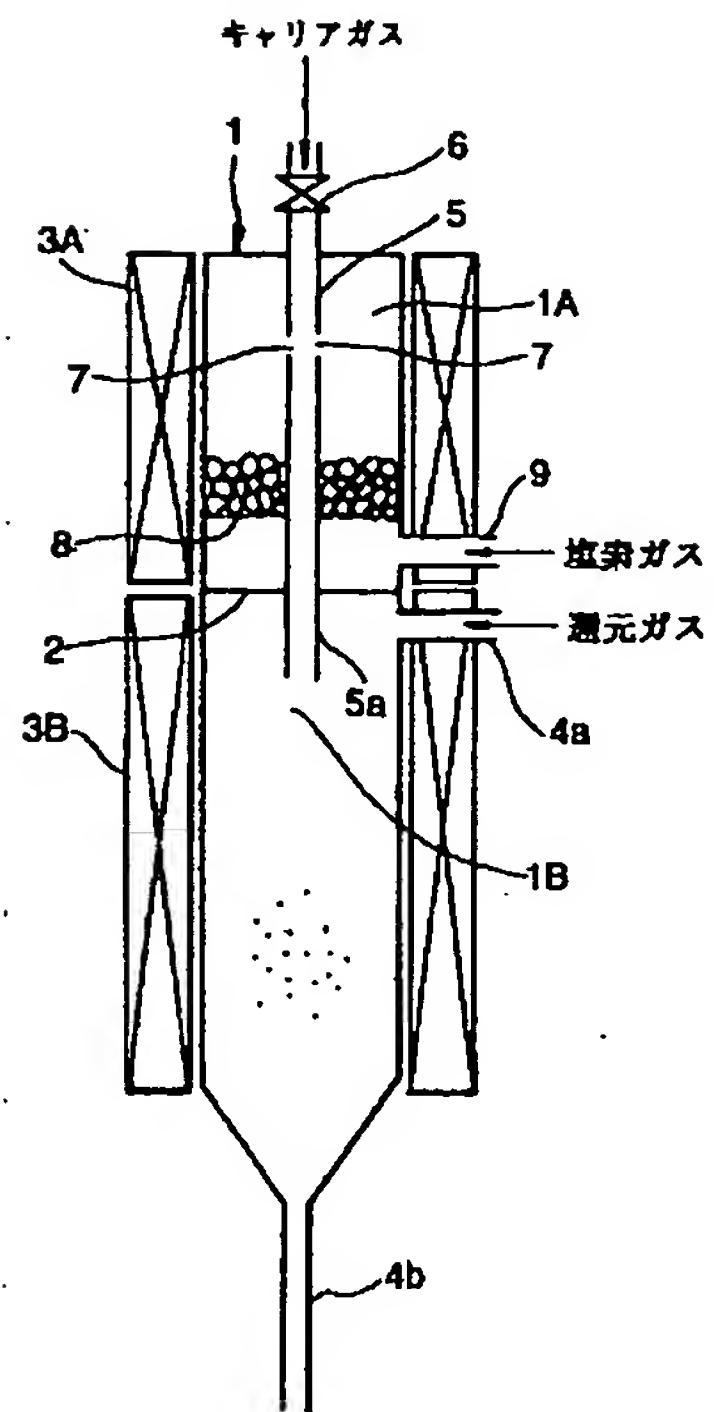
【図1】 本発明の一実施形態に係る金属粉末の製造装置を示す縦断面図である。

【図2】 (a)～(d)は本発明に係るベンチュリー機構の様々な例を示す縦断面図である。

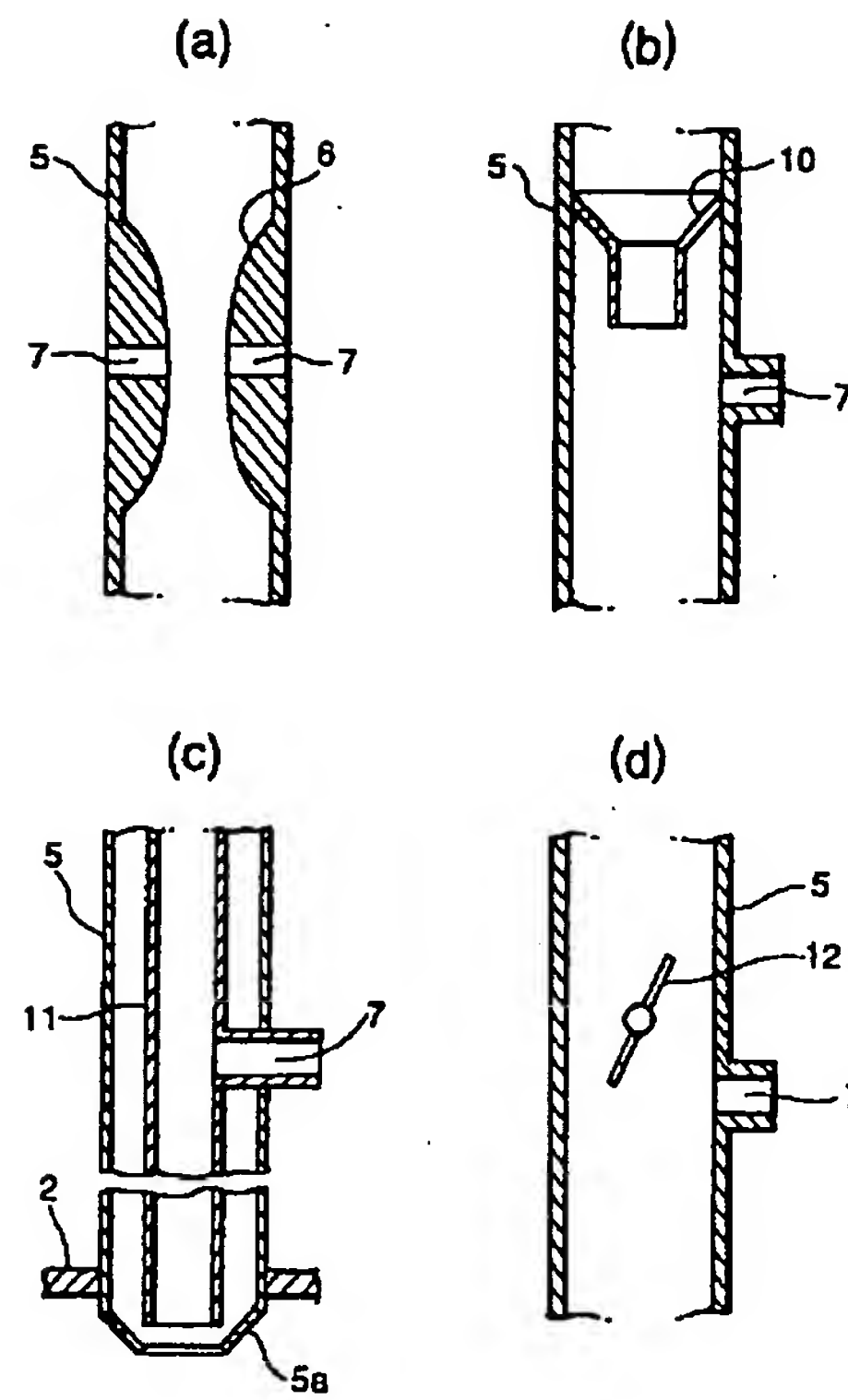
【符号の説明】

- 1…還元炉
- 1A…塩化室(塩化部)
- 1B…反応室(反応部)
- 5…金属塩化物ガス供給管
- 5b…膨出部(ベンチュリー機構：負圧発生手段)
- 7…金属塩化物ガス導入口
- 10…絞り部材(ベンチュリー機構：負圧発生手段)
- 11…内管(ベンチュリー機構：負圧発生手段)
- 12…絞り弁(ベンチュリー機構：負圧発生手段)

【図1】



【図2】



## CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The chlorination section which it is [ section ] equipment which manufactures metal powder by returning a metal chloride, fills [ section ] up with a metal raw material, contacts chlorine gas in this metal raw material, and generates metal chloride gas continuously, The reaction section which the metal chloride gas which occurred in this chlorination section is supplied, is made to cause the gaseous-phase chemical reaction by this metal chloride gas and reducing gas, and obtains metal powder, The manufacturing installation of the metal powder characterized by providing the metal chloride gas supply line which supplies said metal chloride gas which said chlorination section was penetrated, end opening attended said reaction section, and the metal chloride gas inlet was established in the extension part of chlorination circles, and was introduced from this inlet to said reaction section.

[Claim 2] The manufacturing installation of the metal powder according to claim 1 characterized by for said chlorination section adjoining said reaction section, and arranging it.

[Claim 3] The manufacturing installation of the metal powder according to claim 1 or 2 characterized by forming the negative pressure generating means for attracting said metal chloride gas in the supply pipe concerned from said metal chloride gas inlet in said metal chloride gas supply line.

[Claim 4] The manufacturing installation of the metal powder according to claim 3 characterized by enabling adjustment of the magnitude of the negative pressure generated with said negative pressure generating means.

[Claim 5] The manufacturing installation of the metal powder according to claim 1 to 4 characterized by supplying said metal chloride gas introduced into said metal chloride gas supply line to said reaction section with the carrier gas which circulated the metal chloride gas supply line.

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the manufacturing installation of metal powder, and in manufacturing metal superfines, such as a jointing material for corrugated fibreboard of a conductive paste filler and Ti material specifically used for



electronic parts etc., and nickel, Cu, Ag which were further suitable for various applications, such as a catalyst, it relates to suitable equipment.

[0002]

[Description of the Prior Art] Also in Above nickel, Cu, and Ag, since it is cheap compared with the conventional Pd powder, the powder of nickel (the following, nickel, and publication) especially attracts attention as an object for internal electrode formation of a stacked type ceramic condenser. Since the manufacture process is simple compared with a wet method, the nickel powder manufactured by the dry process by the hydrogen reduction of a metal chloride etc. especially is fit for mass production method. Nickel superfines with a particle size of 0.5 micrometers or less are demanded not to mention the particle size of 1 micrometer or less also in such nickel powder from the demand of lamination, the reduction in resistance of the internal electrode accompanying the miniaturization of a stacked type ceramic condenser, and large-capacity-izing, etc.

[0003] By heating a nickel chloride and evaporating it in an evaporator, as conventional equipment which manufactures the above nickel superfines, nickel chloride gas is generated, this nickel chloride gas is transported to the reaction section made into a hydrogen gas (reducing gas) ambient atmosphere through migration tubing, and there is a thing which makes a gaseous-phase chemical reaction cause with nickel chloride gas and hydrogen gas, and makes nickel superfines generate.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] In the above-mentioned conventional manufacturing installation, while being transported to the reaction section through migration tubing from the evaporator, the heat loss that the temperature of nickel chloride gas fell arose, and for this reason, there was a possibility that nickel chloride gas might be cooled and a nickel chloride might deposit in migration tubing. Then, if a heating means was established, while consumption energy would increase, complication and enlargement of equipment were to be caused, although heating migration tubing is performed in order to solve this problem.

[0005] Moreover, since the nickel chloride is used as the start raw material, it is essentially difficult to generate nickel chloride gas stably, and the partial pressure of nickel chloride gas is changed and the particle size of the metal powder to generate is not stabilized. In addition, since the nickel chloride has water of crystallization, dehydration processing is required before use, and when the dehydration is insufficient, the oxygen density in the metal powder to generate goes up.



[0006] The manufacturing installation of the metal powder of this invention is made in view of the above-mentioned situation, and aims at the following.

1. Reduce the energy which suppresses the heat loss of the metal chloride gas under migration, and heating takes.
2. Attain the simplification and miniaturization of equipment.
3. Particle-size control becomes easy and highly precise, and it is stabilized and obtain the metal powder of the narrow high quality of particle size distribution.

[0007]

[Means for Solving the Problem] The chlorination section which the manufacturing installation of the metal powder of this invention is [ section ] equipment which manufactures metal powder by returning a metal chloride, and it fills [ section ] up with a metal raw material, contacts chlorine gas in this metal raw material, and generates metal chloride gas continuously, The reaction section which the metal chloride gas which occurred in this chlorination section is supplied, is made to cause the gaseous-phase chemical reaction by this metal chloride gas and reducing gas, and obtains metal powder, The chlorination section is penetrated, end opening attends the reaction section, and a metal chloride gas inlet is established in the extension part of chlorination circles, and it is characterized by providing the metal chloride gas supply line which supplies the metal chloride gas introduced from this inlet to the reaction section.

[0008] According to the above-mentioned configuration, the metal chloride gas which occurred in the chlorination section is introduced within metal chloride gas supply from a metal chloride gas inlet, and is supplied to the reaction section through the inside of this supply pipe. And reducing gas is contacted in the reaction section, a gaseous-phase chemical reaction is caused, and metal powder generates. In this invention, carrier gas can be introduced into a metal chloride gas supply line, and the operation gestalt which supplies metal chloride gas to the reaction section with this carrier gas can be adopted.

[0009] According to this invention, since the metal chloride gas supply line has penetrated the chlorination section, the metal chloride gas passing through the interior is heated by the chlorination section, and is supplied to the reaction section as it is. Therefore, a deposit of the nickel chloride within metal chloride gas supply is prevented first. Moreover, since a heat loss does not need to arise and heat in the metal chloride gas under migration to the reaction section, consumption energy decreases. Furthermore, the simplification and miniaturization of equipment can be attained.

[0010] Moreover, a metal raw material can be made to fixed-ize the yield of the metal chloride gas in the chlorination section with the amount of supply of the chlorine gas at the time of contacting chlorine gas. Therefore, the particle size of the metal powder which control of the partial pressure of the metal chloride gas in the amount of supply and the reaction section of metal chloride gas to the reaction section becomes easy and highly precise, as a result is generated in the reaction section is exactly controllable. Consequently, small, particle size is stabilized and can obtain the metal powder of the narrow high quality of particle size distribution.

[0011] In this invention, it is making to adjoin the reaction section and to arrange the chlorination section into the desirable gestalt. By this configuration, the migration distance of a metal chloride gas supply line, i.e., metal chloride gas, becomes shorter, and effectiveness, such as reduction of the consumption energy mentioned above, simplification of equipment, and a miniaturization, promotes further.

[0012] Moreover, in this invention, it is making to form the negative pressure generating means for attracting metal chloride gas in the supply pipe concerned from a metal chloride gas inlet in a metal chloride gas supply line into the desirable gestalt. The venturi tube device in which raise a gas flow rate, for example and negative pressure is generated as a negative pressure generating means etc. is mentioned.

[0013] According to this configuration, when circulating carrier gas, for example to a metal chloride gas supply line as mentioned above, carrier gas and metal chloride gas can be mixed well, and a uniform dilution condition can be acquired.

[0014] Moreover, the dilution ratio of the metal chloride gas by the amount of installation and carrier gas of metal chloride gas to a metal chloride gas supply line becomes settled with the magnitude of negative pressure, when the yield of metal chloride gas and the flow rate of carrier gas are set constant. Therefore, the partial pressure of the metal chloride gas in the amount of supply and the reaction section of metal chloride gas to the reaction section can be more exactly controlled by using magnitude of this negative pressure as a controlling factor. It is still more desirable when the gestalt whose adjustment of the magnitude of the negative pressure generated with a negative pressure generating means was enabled is taken from a viewpoint which can perform such control to a precision more.

[0015] Now, the metal powder which may be manufactured by the manufacturing installation of the metal powder of this invention is Cu, Ag, etc. besides the above-mentioned nickel, and these powder fits various applications, such as a jointing material for corrugated fibreboard of a conductive paste filler and Ti material, and also a catalyst. Also in these, especially this invention is suitable for manufacture of nickel

superfines.

[0016] As carrier gas which circulates a metal chloride gas supply line, although inert gas, such as argon gas and nitrogen gas, is used suitably, reducing gas may be mixed into this carrier gas, and reducing gas can also be further used as carrier gas. Moreover, as reducing gas, although reducing gas, such as hydrogen gas and hydrogen-sulfide gas, can be used, if the effect on the generated metal powder is taken into consideration, hydrogen gas is suitable.

[0017]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, 1 operation gestalt of this invention is explained with reference to a drawing.

[1] The block diagram 1 of a manufacturing installation shows the manufacturing installation of the metal powder concerning 1 operation gestalt. This equipment makes the subject the cylinder-like vertical mold reducing furnace 1, and the inside of a reducing furnace 1 is divided into upper chlorination room (chlorination section) 1A and lower reaction chamber (reaction section) 1B by the partition 2. Chlorination room 1A and reaction chamber 1B are heated by predetermined temperature, respectively with the heating means 3A and 3B arranged around a reducing furnace 1. Reducing gas supply pipe 4a which supplies reducing gas to reaction chamber 1B is connected to the upper part of the furnace wall which constitutes reaction chamber 1B. Moreover, recovery tubing 4b which collects the generated metal powder is prepared in the lower limit section of reaction chamber 1B.

[0018] The metal chloride gas supply line (it is only hereafter called a supply pipe for short) 5 for supplying the metal chloride gas which occurred in chlorination room 1A to reaction chamber 1B is arranged in the upper part of a reducing furnace 1. This supply pipe 5 penetrated chlorination room 1A from the crowning of a reducing furnace 1 almost along with the axial center of a reducing furnace 1, and was prolonged to reaction chamber 1B, and that lower limit opening has faced it the upper part of reaction chamber 1B. The bulb 6 which carrier gas may be passed from the outside of a reducing furnace 1, and adjusts or intercepts the flow rate of the carrier gas to a supply pipe 5 is formed in the supply pipe 5. Moreover, the lower limit section of a supply pipe 5 is constituted as nozzle 5a which spouts carrier gas to reaction chamber 1B. Furthermore, into the extension part to the steamy layer with which the metal chloride gas in chlorination room 1A of a supply pipe 5 is filled, the metal chloride gas inlet (it is only hereafter called an inlet for short) 7 sets regular intervals, and is vacated for the hoop direction.

[0019] At the pars basilaris ossis occipitalis of chlorination room 1A, it estranges with

partition 2, the perforated plate 8 is horizontally stretched, and a metal raw material is made to deposit on this perforated plate 8. The quality of the material with which a perforated plate 8 is not invaded by chlorine gas is chosen, for example, the product made from a ceramic is used preferably. The chlorine gas supply line 9 which supplies chlorine gas to the space between partition 2 and a perforated plate 8 is connected to the pars basilaris ossis occipitalis of the furnace wall which constitutes chlorination room 1A.

[0020] [2] Explain the example which manufactures nickel superfines by the example of manufacture following \*\* of nickel superfines using the manufacturing installation of the above-mentioned metal powder. Solid-state-like metal nickel (metal raw material) is made first to throw in and deposit on the perforated plate 8 of chlorination room 1A. Although especially the gestalt of metal nickel is not asked, from contacting efficiency or a viewpoint of pressure loss rise prevention, a grain with a particle size of 5–20mm or massive, tabular, etc. are desirable, and 99.5% or more is desirable in general about the purity. Subsequently, while heating chlorination room 1A by heating means 3A, chlorine gas is supplied to chlorination room 1A from the chlorine gas supply line 9. Chlorine gas is changed into nickel chloride gas (metal chloride gas) when chlorine gas contacts metal nickel.

[0021] Whenever [ stoving temperature / of chlorination room 1A ] is made into 800 degrees C or more in order to advance the reaction of chlorine gas and metal nickel enough, and it is made into 1483 degrees C or less which is the melting point of nickel. When the endurance and the reaction rate of a reducing furnace 1 are taken into consideration, the range of 900–1100 degrees C is desirable practical. Moreover, the layer quantity and consistency of metal nickel on a perforated plate 8 are suitably set as the range in which conversion in nickel chloride gas is fully performed based on the configuration of operation time and metal nickel etc. whenever [ speed-of-supply / of chlorine gas /, and stoving temperature / of chlorination room 1A ].

[0022] As mentioned above, in chlorination room 1A, nickel chloride gas generates continuously. On the other hand, reaction chamber 1B is heated to predetermined reduced temperature by heating means 3B, further, while passing inert gas (argon gas and nitrogen gas) to a supply pipe 5 as carrier gas and supplying reaction chamber 1B, the hydrogen gas which is reducing gas is poured to reducing gas supply pipe 4a, and reaction chamber 1B is supplied. 900–1100 degrees C of reduced temperature are in general desirable.

[0023] Now, the nickel chloride gas generated by chlorination room 1A is introduced in the condition of being drawn in in a supply pipe 5 from an inlet 7. It mixes with carrier



gas and the regurgitation of the nickel chloride gas by which suction installation was carried out at the supply pipe 5 is carried out to reaction chamber 1B from nozzle 5a. In reaction chamber 1B, the nickel chloride gas diluted with carrier gas contacts hydrogen gas, and nickel superfines generate a gaseous-phase chemical reaction by the lifting and this.

[0024] It is cooled in the lower part of reaction chamber 1B with the hydrochloric acid gas which carried out the byproduction by inert gas or the gaseous-phase chemical reaction, and, subsequently the generated nickel superfines are collected from recovery tubing 4b. And separation recovery is carried out from mixed gas, and it is washed further and considers as a product.

[0025] According to this operation gestalt, since the supply pipe 5 has penetrated chlorination room 1A, the nickel chloride gas passing through the inside of a supply pipe 5 is heated by chlorination room 1A, and is supplied to reaction chamber 1B as it is. Therefore, a deposit of the nickel chloride within a supply pipe 5 is prevented first. Moreover, since a heat loss does not arise in the nickel chloride gas under migration to reaction chamber 1B and it is not necessary to heat nickel chloride gas separately, consumption energy decreases. Furthermore, since a supply pipe 5 penetrates chlorination room 1A, and chlorination room 1A adjoins reaction chamber 1B and is arranged, the migration distance of a supply pipe 5, i.e., nickel chloride gas, is short, consequently can attain reduction of consumption energy, the simplification of equipment, and a miniaturization.

[0026] Moreover, a metal raw material can be made to fixed-ize the yield of the nickel chloride gas in chlorination room 1A with the amount of supply of the chlorine gas at the time of contacting chlorine gas. Therefore, the particle size of the nickel superfines which control of the amount of supply of the nickel chloride gas to reaction chamber 1B and the partial pressure of the nickel chloride gas in reaction chamber 1B becomes easy and highly precise, as a result are generated by reaction chamber 1B is exactly controllable. Consequently, small, particle size is stabilized and can obtain the nickel superfines of the narrow high quality of particle size distribution.

[0027] In addition, with the above-mentioned operation gestalt, although inert gas is used as carrier gas, into carrier gas, reducing gas (the above-mentioned example hydrogen gas) and chlorine gas may be mixed, and reducing gas can also be further used as carrier gas. Moreover, carrier gas cannot be circulated to a supply pipe 5, and the operation gestalt which does not dilute the nickel chloride gas which occurred in chlorination room 1A, but is supplied to reaction chamber 1B as it is can also be taken. In this case, it considers as the condition of having closed the bulb 6, and nickel

chloride gas is introduced by the internal pressure rise of chlorination room 1A in a supply pipe 5 from an inlet 7. The amount of supply to reaction chamber 1B of nickel chloride gas is adjusted by the amount of supply of the chlorine gas to chlorination room 1A.

[0028] [3] Negative pressure generating means (venturi tube device)

By the way, in this invention, the negative pressure generating means for attracting metal chloride gas (the above-mentioned example nickel chloride gas) from an inlet 7 in the supply pipe 5 concerned to the above-mentioned supply pipe 5 can be established. The venturi tube device in which raise a gas flow rate, for example and negative pressure is generated as a negative pressure generating means is mentioned. Hereafter, such a venturi tube device is illustrated.

[0029] A. As shown in drawing 2 (a), form bulge section 5b in the inner circumference part corresponding to the inlet 7 of a supply pipe 5 over the perimeter at one, and this bulge section 5b constitutes a venturi tube device. It is formed in the arc so that bulge section 5b may become thick gradually as the thickness of the longitudinal section goes to a shaft-orientations center section from a vertical edge, and two or more inlets 7 set regular intervals to a hoop direction, and are established in it at the part with the thickest thickness.

[0030] B. As shown in drawing 2 (b), the converging section material 10 of the shape of a funnel prepared in the upstream of an inlet 7 constitutes a venturi tube device.

C. As shown in drawing 2 (c), reduce the diameter of and extract nozzle 5a of a supply pipe 5, make the inner tube 11 which it let pass in the supply pipe 5 open an inlet 7 for free passage, and constitute a venturi tube device.

D. As shown in drawing 2 (d), a throttle valve 12 constitutes a venturi tube device.

[0031] By preparing a venturi tube device in a supply pipe 5 as mentioned above, in case the carrier gas which circulates a supply pipe 5 toward reaction chamber 1B passes a venturi tube device, negative pressure occurs. The metal chloride gas which occurred in chlorination room 1A is introduced in a supply pipe 5 from an inlet 7 using the negative pressure generated according to a venturi tube device. Thereby, carrier gas and metal chloride gas can be mixed well, and a uniform dilution condition can be acquired.

[0032] Moreover, the dilution ratio of the metal chloride gas by the amount of installation and carrier gas of metal chloride gas to a supply pipe 5 becomes settled with the magnitude of the negative pressure generated according to a venturi tube device, when the yield of metal chloride gas and the flow rate of carrier gas are set constant. Therefore, while being able to control more exactly the amount of supply of

the metal chloride gas to reaction chamber 1B, and the partial pressure of the metal chloride gas in reaction chamber 1B by using magnitude of this negative pressure as a controlling factor, particle size can manufacture the metal powder of the shape of superfines 0.5 micrometers or less. The magnitude of the negative pressure generated according to the above venturi tube devices is controllable by the narrow condition in a supply pipe 5.

[0033] furthermore — according to the venturi tube device which consists of throttle valves 12 shown in drawing 2 (d) — the opening of a throttle valve 12 — the magnitude of negative pressure — getting it blocked — the amount of supply of the metal chloride gas to reaction chamber 1B — arbitration — and it is easily controllable. Therefore, particle-size control of the metal powder to generate can be performed more to a precision.

[0034]

[Example] Next, the example of this invention which manufactured nickel superfines using the manufacturing installation shown in drawing 1 is explained. With a mean particle diameter of 10mm which is start raw material solid-state metal nickel 15kg was made to supply and deposit on the perforated plate 8 of chlorination room 1A. Chlorination room 1A was heated at 1100 degrees C by heating means 3A, chlorine gas was supplied to chlorination room 1A from the chlorine gas supply line 9 by flow rate 4 NI/min, solid-state metal nickel was chlorinated, and nickel chloride gas was generated. On the other hand, while passing argon gas by the flow rate of 2 NI/min to the supply pipe 5 and feeding to reaction chamber 1B, reaction chamber 1B was heated at 950 degrees C by heating means 3B. This operation was continued for 60 minutes and nickel superfines were made to generate continuously by reaction chamber 1B.

[0035] Subsequently, the hydrochloric-acid steam and nickel superfines which carried out the byproduction at nitrogen gas and a reaction were led to the oil scrubber from recovery tubing 4b, and separation recovery of the nickel superfines was carried out. Then, the collected nickel superfines were dried after washing by the xylene, and nickel superfines were obtained. Mean particle diameter was 0.3 micrometers, and the configuration was an almost uniform spherical particle and that of these nickel superfines was very quality.

[0036]

[Effect of the Invention] As explained above, this invention is characterized by the metal chloride gas supply line which supplies the metal chloride gas which occurred in the chlorination section to the reaction section having penetrated the chlorination

section, and does the following effectiveness so by this configuration.

1. Since metal chloride gas is heated in the chlorination section, a deposit of the metal chloride within metal chloride gas supply is prevented.
2. Since a heat loss does not need to arise and heat in the metal chloride gas under migration to the reaction section, consumption energy decreases.
3. The simplification and miniaturization of equipment can be attained.
4. Since chlorine gas is contacted in a metal raw material and metal chloride gas is generated, metal chloride gas can be generated stably, it is stabilized and the metal powder of the narrow high quality of particle size distribution can be obtained.